

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-72098

⑪ Int. Cl.⁵

C 25 D 11/04
C 23 F 4/00
C 25 D 11/04

識別記号

3 0 8
1 0 1 Z
H

庁内整理番号

7179-4K
7179-4K
7179-4K※

⑬ 公開 平成3年(1991)3月27日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全4頁)

⑭ 発明の名称 真空用アルミニウム材の製造方法

⑮ 特 願 平1-209227

⑯ 出 願 平1(1989)8月10日

⑰ 発 明 者 加 藤 豊 大阪府堺市海山町6丁224番地 昭和アルミニウム株式会
社内

⑱ 発 明 者 置 田 広 一 大阪府堺市海山町6丁224番地 昭和アルミニウム株式会
社内

⑲ 発 明 者 磯 山 永 三 大阪府堺市海山町6丁224番地 昭和アルミニウム株式会
社内

⑳ 出 願 人 昭和アルミニウム株式 大阪府堺市海山町6丁224番地
会社

㉑ 代 理 人 弁理士 岸本 瑛之助 外3名
最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

真空用アルミニウム材の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 銅を0.05～4.0重量%含有し、残部アルミニウムおよび不可避不純物よりなるアルミニウム合金から所定形状の真空用アルミニウム材を成形加工し、加工済アルミニウム材に、シュウ酸電解液中で陽極酸化処理して表面に陽極酸化皮膜を形成した後、引続き同一電解液中で電圧を前の電圧値から急激に降下させて5～50Vで定電圧電解処理することを特徴とする真空用アルミニウム材の製造方法。

2. マグネシウムを0.5～5.6重量%含有し、残部アルミニウムおよび不可避不純物よりなるアルミニウム合金から所定形状の真空用アルミニウム材を成形加工する請求項1記載の真空用アルミニウム材の製造方法。

3. 銅を0.05～4.0重量%、マグネシウ

ムを0.5～5.6重量%含有し、残部アルミニウムおよび不可避不純物よりなるアルミニウム合金から所定形状の真空用アルミニウム材を成形加工する請求項1記載の真空用アルミニウム材の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

この発明は、MBE装置、ドライエッチング装置およびCVD装置等の半導体製造装置や、イオンプレーティング装置、プラズマCVD装置、スパッタリング装置等の薄膜製造装置に使用されるアルミニウム製真空チャンバ、シュラウド、電極等として使用される真空用アルミニウム材の製造方法に関する。

この明細書において、「アルミニウム」という語には、特に「アルミニウム合金」という以外は、純アルミニウムの他にアルミニウム合金を含むものとする。

従来の技術と発明の課題

従来、上記の各種装置に用いられる真空用材

としては、ステンレス鋼製のものが広く用いられていた。ところが、ステンレス鋼材は重量が大きい、熱伝導性が悪い、表面のガス放出係数が大きいなどという問題があったので、アルミニウム材を用いることが考えられた。

しかしながら、アルミニウム材は、M B E 装置でたとえばガリウムのような腐食成分を含む G a A s などの半導体膜を形成する場合や、ドライエッチングのエッチングガスおよび C V D 法の反応ガスとして塩素などの腐食成分を含むものを用いる場合には、腐食するという問題があった。

そこで、上記腐食の問題を解決するために、真空用アルミニウム材の表面に、硫酸電解液中で陽極酸化処理を施して陽極酸化皮膜を形成していた。しかしながら、上述したような真空用装置内の真空度を高める目的で、真空用アルミニウム材には予め加熱脱ガス処理が施されるが、この加熱脱ガス処理のさいに陽極酸化皮膜にクラックが発生し、耐食性が低下するという問題

ム材は、マグネシウムを 0.5～5.6 重量% 含有し、残部アルミニウムおよび不可避不純物よりなるアルミニウム合金から成形加工してもよい。

また、上記において、所定形状の真空用アルミニウム材は、銅を 0.05～4.0 重量%、マグネシウムを 0.5～5.6 重量% 含有し、残部アルミニウムおよび不可避不純物よりなるアルミニウム合金から成形加工してもよい。

上記において、所定形状の真空用アルミニウム材を成形加工するためのアルミニウム合金中の銅含有量を 0.05～4.0 重量% に限定したのは、0.05 重量% 未満では後述する電流の回復現象が短時間で起らず、4.0 重量% を越えると成形加工が困難になるからである。

また、上記において、マグネシウム含有量を 0.5～5.6 重量% に限定したのは、0.5 重量% 未満では強度が不足し、5.6 重量% を越えると成形加工が困難になるからである。

シュウ酸電解液中での第 1 段階の陽極酸化処

がある。また、上記陽極酸化皮膜に吸着している水分によって、真空用アルミニウム材が真空に晒された場合にガス放出量が多くなり、真空装置内の真空度を目標とする圧力まで下げることができないという問題がある。

この発明の目的は、上記問題を解決しうる真空用亜アルミニウム材の製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

この発明による真空用アルミニウム材の製造方法は、銅を 0.05～4.0 重量% 含有し、残部アルミニウムおよび不可避不純物よりなるアルミニウム合金から所定形状の真空用アルミニウム材を成形加工し、加工済アルミニウム材に、シュウ酸電解液中で陽極酸化処理して表面に陽極酸化皮膜を形成した後、引き続き同一電解液中で電圧を前電圧値から急激に降下させて 5～50 V で定電圧電解処理することを特徴とするものである。

上記において、所定形状の真空用アルミニウ

材は、通常の方法で行われる。すなわち、シュウ酸電解液中のシュウ酸濃度は 1～5 重量%、液温 15～30℃、電流密度 1.5 A/dm² 前後で行われる。電解電流は、直流、交流および交直重畳流のいずれでもよい。また、定電圧電解および定電流電解のいずれでもよい。

上記第 1 段階の陽極酸化処理から電圧を急激に降下させた後、定電圧電解処理すると、電流はすぐに流れず、数秒～数分経過後徐々に流れ始め、しばらくして定常状態に達する。この現象は回復現象と呼ばれている。この回復現象によって、陽極酸化皮膜が形成される。回復現象によって形成された陽極酸化皮膜は耐熱性に優れているため、皮膜を破壊することなく高温での加熱脱ガス処理を施すことが可能になる。電圧の降下の割合は、第 1 段階での電圧の 60% 以下の電圧となるまで降下させるのがよい。たとえば第 1 段階での通電を一旦停止し、再度通電を開始することにより行われてもよい。

電圧を急激に降下させた後の定電圧電解処理

を5～50Vで行うのは、5V未満では電流回復現象が起らず、50Vを越えると耐熱性の優れた陽極酸化皮膜を得ることができないからである。

また、第2段階の定電圧電解処理の時間は、10～30分が好ましい。

さらに、第2段階の定電圧電解処理が終了した後、皮膜への水分の吸着量を減少させる目的で、100～400℃で加熱脱ガス処理を施すのがよい。この処理は、真空雰囲気中、またはアルミニウムに対して不活性なガスの雰囲気中で行うのが望ましい。

作 用

この発明の方法で製造された真空用アルミニウム材表面の陽極酸化皮膜は、上述したように柔軟であるから、これに加熱脱ガス処理を施しても皮膜にクラックが発生するのを防止できる。また、この発明の方法で製造された真空用アルミニウム材表面の陽極酸化皮膜は耐熱性に優れているので、高温での加熱脱ガス処理が可能に

表面に、上記実施例1と同様の条件で膜厚15μmの陽極酸化皮膜を形成した。

実施例4

Al-4重量%Mg-0.1重量%Cu合金から真空用アルミニウム材を成形加工し、この真空用アルミニウム材の表面に、上記実施例1と同様の条件で膜厚15μmの陽極酸化皮膜を形成した。

比較例1

実施例1で使用したのと同じアルミニウム合金を用いて真空用アルミニウム材を形成した。ついで、液温20℃の1.5重量%シュウ酸電解液中で、電流密度1.5A/dm²の直流電流を通じて40分間陽極酸化処理を行い、真空用アルミニウム材の表面に膜厚15μmの皮膜を形成した。

比較例2

実施例1で使用したのと同じアルミニウム合金を用いて真空用アルミニウム材を形成した。ついで、液温20℃の1.5重量%硫酸電解液中

(3) なり、ガス放出率が少なくなる。

実 施 例

以下、この発明の実施例を比較例とともに説明する。

実施例1

Al-0.1重量%Cu合金から真空用アルミニウム材を成形加工した。ついで、液温20℃の1.5重量%シュウ酸電解液中で、電流密度1.5A/dm²の直流電流を通じて40分間陽極酸化処理を行った。そして、一旦通電を停止した後、同一電解液中で、37Vで20分間定電圧電解処理を行い、真空用アルミニウム材の表面に膜厚15μmの皮膜を形成した。

実施例2

上記実施例1と同じ条件で皮膜を形成した後、真空用アルミニウム材を、真空雰囲気中で150℃で20時間加熱し、加熱乾燥処理を施した。

実施例3

Al-4重量%Mgから真空用アルミニウム材を成形加工し、この真空用アルミニウム材の

で、電圧15V、電流密度1.3A/dm²の直流電流を通じて40分間陽極酸化処理を行い、真空用アルミニウム材の表面に膜厚15μmの皮膜を形成した。

評価試験

上記実施例1～4および比較例1～2で製造された真空用アルミニウム材の性能を評価するために、各真空用アルミニウム材を材料温度が150℃となるようなSiC炉、雰囲気中に1000時間放置し、耐食性を調べた。

また、各真空用アルミニウム材を150℃で24時間加熱してベーキング処理を施した後のガス放出率を測定した。これらの評価試験の結果を下表に示す。

(以下余白)

| | | 耐 食 性 | ガス放出率 ($\text{Trr} \cdot 1/\text{S} \cdot \text{cm}$) |
|-------------|---|--------|------------------------------------------------------------|
| 実 施 例 | 1 | 腐食発生せず | 5×10^{-12} |
| | 2 | 腐食発生せず | 1×10^{-12} |
| | 3 | 腐食発生せず | 5×10^{-12} |
| | 4 | 腐食発生せず | 1×10^{-12} |
| 比 較 例 | 1 | 腐食発生せず | 1×10^{-10} |
| | 2 | 腐食発生 | 1×10^{-10} |

上表から明らかなように、この発明の方法で製造された真空用アルミニウム材の耐食性は、従来の方法で製造されたものよりも優れている。また、この発明の方法で製造された真空用アルミニウム材のガス放出率は、従来の方法で製造されたものよりも小さくなっている。

発明の効果

この発明の方法で製造された真空用アルミニウム材は、上述したように、耐食性に優れてい

るとともに、ガス放出率が小さくなっている。したがって、ガリウムのような腐食成分を含むGaAsなどの半導体膜を形成する場合や、ドライエッチングのエッチングガスおよびCVD法の反応ガスとして塩素などの腐食成分と接触するような真空装置に使用した場合にも、長期間にわたって腐食を防止できる。しかも、上述したような真空用装置内の真空度を高めることができる。

以 上

特許出願人 昭和アルミニウム株式会社
代 理 人 岸本 瑛之助（外3名）



第1頁の続き

⑤Int.Cl.⁹

H 01 L 21/203

// H 01 L 21/302

識別記号

庁内整理番号

M
Z
S

7630-5F
7630-5F
7630-5F